

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑪ **DE 3327274 A1**

⑤1 Int. Cl. 3:  
**C01B 31/28**

②1 Aktenzeichen: P 33 27 274.3  
②2 Anmeldetag: 28. 7. 83  
④3 Offenlegungstag: 7. 2. 85

DE 3327274 A1

⑦1 Anmelder:  
Bayer AG, 5090 Leverkusen, DE

⑦2 Erfinder:  
Sauer, Heinz, 5068 Odenthal, DE; Porkert, Helmut,  
Dipl.-Chem. Dr., 4047 Dormagen, DE; Liebsch,  
Dietrich, Dipl.-Chem. Dr., 5090 Leverkusen, DE

⑤4 Verfahren zur Herstellung von Phosgen unter gleichzeitiger Erzeugung von Dampf

Ein neues Verfahren zur Herstellung von Phosgen durch Umsetzung von Chlor mit Kohlenmonoxid in Gegenwart von Aktivkohle als Katalysator unter gleichzeitiger Erzeugung von Dampf unter zweistufiger Reaktionsführung, wobei man die Reaktion in einer ersten Stufe bei über 250°C unter Umsetzung von 95 bis 98% des eingesetzten Chlors durchführt, die hierbei anfallende Wärme zur Erzeugung von Dampf eines Drucks von 5 bis 50 bar nutzt und schließlich die Reaktion in einer zweiten Reaktionsstufe bei 50 bis 100°C zu Ende führt.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von Phosgen durch Umsetzung von Chlor mit Kohlenmonoxid in, Aktivkohle als Katalysator enthaltenden Rohrreaktoren unter gleichzeitiger Nutzung der anfallenden Reaktionswärme zur Erzeugung von Dampf, dadurch gekennzeichnet, daß man
- 5
- a) in einem ersten, gekörnte Aktivkohle enthaltenden Rohrreaktor (4), dessen Rohre einen lichten Durchmesser von maximal 100 mm aufweisen, von 95 bis 98 % des eingesetzten Chlors mit überschüssigem Kohlenmonoxid bei Reaktionstemperaturen von über 250°C zu Phosgen umsetzt,
- 10
- b) die hierbei anfallende Reaktionswärme durch Verdampfungskühlung einer bei 150 bis 320°C siedenden Flüssigkeit oder mit einer nicht siedenden Flüssigkeit abführt, deren Temperatur am Reaktoraustritt mittels Zwangsumlaufpumpen und Temperatursteuerung bei 150 - 320°C gehalten wird,
- 15
- 20
- c) den, den Reaktor verlassenden, flüssigen oder dampfförmigen Wärmeträger in einem, mit Wasser als Kühlmedium beschicktem, Wärmeaustauscher unter Erzeugung von Dampf kondensiert und/oder
- 25
- auf eine, bis zu 50°C unter der Temperatur des

Wärmeträgers am Reaktoraustritt liegende Temperatur abkühlt und in den Reaktor (4) zurückführt,

5 d) die den Reaktor (4) verlassenden Reaktionsgase auf eine Temperatur zwischen 50 und 120°C abkühlt und

10 e) in einem, gekörnte Aktivkohle enthaltenden, zweiten Reaktion (6) leitet, dessen Temperatur auf 50 bis 100°C thermostatisiert wird und in dem die Umsetzung zu Ende geführt wird, so daß das den zweiten Reaktor verlassende Phosgen einen Restchlorgehalt von unter 50 ppm aufweist.

15 2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die, bei der Kühlung der den ersten Reaktor (4) verlassenden Reaktionsgase anfallende Wärmemenge zur Vorwärmung des in den Wärmeaustauscher (10) einzuleitenden Speisewassers nutzt.

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

5090 Leverkusen, Bayerwerk

Zentralbereich

Patente, Marken und Lizenzen Wr/m-c

Verfahren zur Herstellung von Phosgen unter gleichzei-  
tiger Erzeugung von Dampf

Die Erfindung betrifft ein neues Verfahren zur Herstellung von Phosgen durch Umsetzung von Chlor mit Kohlenmonoxid in Gegenwart von Aktivkohle als Katalysator unter gleichzeitiger Erzeugung von Dampf.

- 5 Phosgen wird in technischem Maßstab überwiegend durch Umsetzung von Chlor mit CO an Aktivkohle bei leicht erhöhter Temperatur hergestellt (40 - 100°C). Um den Chlorgehalt des so erzeugten Phosgens, das bei praktisch allen Verwendungsmöglichkeiten dieses Zwischenproduktes  
10 stört, so niedrig wie möglich zu halten, arbeitet man mit einem CO-Überschuß von 3 - 10 % der stöchiometrisch nötigen Menge. Ferner muß die erhebliche positive Bildungsenthalpie von 108 kJ/mol durch intensive Kühlung  
15 abgeführt werden, da die Synthese bei Temperaturen über 100°C nicht vollständig abläuft (vgl. z.B. Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, 4. Auflage (1979),  
18, Seiten 277 - 278).

Auf Grund der gemessenen Dissoziationsgleichgewichte enthält Phosgen bei 100°C bereits ca. 50 ppm Chlor. Für viele Anwendungsgebiete stellt ein solcher Chlorgehalt bereits die Obergrenze der Spezifikation dar. Bei 200°C sind bereits 0,4 %, bei 300°C 5 % und bei 400°C 20 % des Phosgens in Kohlenoxid und Chlor dissoziiert. Deshalb sind alle bekannten Verfahren dadurch gekennzeichnet, daß sie in mit Aktivkohle gefüllten Röhrenreaktoren ablaufen, in denen durch direkte Kühlung mit Wasser, durch indirekte Kühlung mit inerten Kälteträgern oder durch Verdampfungskühlung eine schnelle Abführung der Reaktionswärme möglich ist, so daß die Reaktionsgase beim Austritt aus dem Reaktor eine Temperatur von 100°C nicht wesentlich überschreiten. Die sorgfältige Kühlung der Reaktionsrohre ist aus Gründen der Betriebssicherheit auch deshalb von großer Bedeutung, da der normale Baustahl der Reaktoren bei Temperaturen über 170°C unter Bildung von Eisenchlorid heftig reagiert.

Bei den üblichen Verfahrensbedingungen eignet sich als Katalysator praktisch jede gute Aktivkohle mit großer Adsorptionskapazität. Die Kühlmitteltemperaturen liegen nach Durchgang durch den Reaktor deutlich unter 100°C (im allgemeinen bei 50 - 70°C), so daß pro Tonne Phosgen eine Energiemenge von  $1,09 \times 10^9$  Joule nicht befriedigend genutzt werden kann.

Die EP-A1-00 03 530 erwähnt zwar beiläufig, daß bei der Herstellung von Phosgen aus Chlor und Kohlenmonoxid

der Reaktor mit siedendem Wasser gekühlt werden könne,  
um so Dampf herzustellen, jedoch werden diesbezüglich  
keine näheren Angaben gemacht. Die Erzeugung von Hoch-  
druckdampf ist nach dem Verfahren der Vorveröffentlichung  
5 offensichtlich nicht möglich, da ausdrücklich betont  
wird, daß das Reaktionsprodukt unmittelbar nach der Phos-  
genbildung, d.h. noch im Phosgenreaktor so stark abge-  
kühlt werden muß, daß eine nennenswerte Spaltung des ge-  
bildeten Phosgens nicht stattfindet. Dies bedeutet jedoch  
10 nichts anderes, als daß die Temperatur des Kühlmittels  
nicht wesentlich oberhalb 100°C liegen kann, so daß die  
Erzeugung von Hochdruckdampf ausgeschlossen ist.

Es wurde nun gefunden, daß man die Nachteile des Standes  
der Technik überwinden und die großtechnische Phosgen-  
15 synthese in einer Weise durchführen kann, daß die Bil-  
dungsenthalpie des Phosgens zur Erzeugung von Dampf,  
insbesondere Hochdruckdampf des Druckbereichs 5 - 50,  
vorzugsweise 20 - 35 bar nutzbar wird.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung  
20 von Phosgen durch Umsetzung von Chlor mit Kohlenmonoxid  
in, Aktivkohle als Katalysator enthaltenden Rohrreaktoren  
unter gleichzeitiger Nutzung der anfallenden Reaktions-  
wärme zur Erzeugung von Dampf, dadurch gekennzeichnet,  
daß man

- 25 a) in einem ersten, gekörnte Aktivkohle enthaltenden  
Rohrreaktor (4), dessen Rohre einen lichten  
Durchmesser von maximal 100 mm aufweisen, von 95



bis 98 % des eingesetzten Chlors mit überschüssigem Kohlenmonoxid bei Reaktionstemperaturen von über 250°C zu Phosgen umgesetzt,

- 5 b) die hierbei anfallende Reaktionswärme durch Verdampfungskühlung einer bei 150 bis 320°C siedenden Flüssigkeit oder mit einer nicht siedenden Flüssigkeit abführt, deren Temperatur am Reaktoraustritt mittels Zwangsumlaufpumpen und Temperatursteuerung bei 150 - 320°C gehalten wird,
- 10 c) den, den Reaktor verlassenden, flüssigen oder dampfförmigen Wärmeträger in einem, mit Wasser als Kühlmedium beschicktem, Wärmeaustauscher unter Erzeugung von Dampf kondensiert und/oder auf eine, unter der Temperatur des Wärmeträgers
- 15 am Reaktoraustritt liegende Temperatur abkühlt und in den Reaktor (4) zurückführt,
- d) die den Reaktor (4) verlassenden Reaktionsgase auf eine Temperatur zwischen 50 und 120°C abkühlt und
- 20 e) in einem, gekörnte Aktivkohle enthaltenden, zweiten Reaktor (6) leitet, dessen Temperatur auf 50 bis 100°C thermostatisiert wird und in dem die Umsetzung zu Ende geführt wird, so daß das den zweiten Reaktor verlassende Phosgen einen Restchlorgehalt von unter 50 ppm aufweist.

Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist beispielsweise die aus der Zeichnung ersichtliche Anlage geeignet.

In dieser Zeichnung bedeuten im einzelnen

- 5       (1) Die Einspeisestelle für Kohlenmonoxid;
- (2) die Einspeisestelle für Chlor;
- (3) eine Gasmischkammer;
- (4) einen ersten Rohrreaktor in Form eines Rohrbündel-  
              wärmeaustauschers;
- 10       (5) einen Kühler;
- (6) einen zweiten Rohrreaktor in Form eines Rohrbündel-  
              wärmeaustauschers mit Kühl- bzw. Heizmittelkreis-  
              lauf;
- (7) die Phosgen-Entnahmestelle;
- 15       (8) einen Wärmeträgerkreislauf;
- (9) einen Flüssigkeitsabscheider;
- (10) einen Wärmeaustauscher (Dampferzeuger);
- (11) die Dampf-Entnahmestelle;

- (12) die Wasser-Einspeisstelle;
- (13) eine Wasserpumpe;
- (14) einen Wärmeaustauscher;
- (15) ein Kühlmittelkreislauf und
- 5 (16) eine Kühlmittelpumpe.

Bei der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird vorzugsweise die in der Zeichnung schematisch dargestellte Apparatur verwendet, was jedoch nicht bedeuten soll, daß nicht auch solche Apparaturen verwendet werden können, die in unwesentlichen Punkten von der nur beispielhaft gedachten Darstellung abweichen. So können beispielsweise anstelle des in der Zeichnung dargestellten Kombinationsreaktors getrennte, hintereinandergeschaltete Reaktoren eingesetzt werden, wobei als 2. Reaktor anstelle eines Rohrreaktors auch eine

10 Aktivkohleschüttung ausreichender Höhe verwendet werden kann. Ferner ist es selbstverständlich nicht erfindungswesentlich, die bei der Kühlung der den ersten Reaktor verlassenden Gase anfallende Wärme zur Vor-

15 heizung des, in den Wärmeaustauscher (10) einzuspeisenden Wassers zu benutzen.

20

Der 1. Reaktor (4) besteht vorzugsweise aus einem Rohrbündelwärmeaustauscher, dessen Rohre einen lichten Durchmesser von maximal 100 mm, vorzugsweise maximal 50 mm und besonders bevorzugt maximal 30 mm aufweisen.

Die Länge der Rohre ist nicht kritisch und liegt im allgemeinen zwischen 1 und 5 m. Längere Rohre sind allerdings bevorzugt, da die Hauptreaktionszone sich in dem Maße verlagert, wie der Katalysator durch Staub und andere Verunreinigungen der Ausgangsprodukte deaktiviert wird. Sie gestatten eine längere Betriebsdauer ohne Katalysatorwechsel. Die Reaktionsrohre bestehen vorzugsweise aus einem, bei den Reaktionstemperaturen gegenüber Chlor resistenten Metall, vorzugsweise werden Rohre aus Nickel oder auch hochlegiertem Chrom-Nickel- bzw. Chrom-Nickel-Molybdänstahl eingesetzt.

Die Rohre des 1. Reaktors sind mit Aktivkohle einer Körnung von ca. 3 bis 10, vorzugsweise 3,5 bis 7 mm gefüllt. Als Aktivkohle kommen insbesondere solche Typen in Betracht, die eine Druckhärte von mehr als 18 kp und ein Benzol-Aufnahmevermögen von über 40 Gew.-% aufweisen. Gut geeignet sind beispielsweise die, diesen Bedingungen entsprechenden, bruch- und abriebfesten Aktivkohlen hoher Temperaturstandfestigkeit gemäß DE-AS 2 322 706.

Als 2. Reaktor (6) kann ein Phosgenreaktor herkömmlicher Bauart benutzt werden, der über einen Wärmeaustauscher vorzugsweise auf Temperaturen zwischen 50 und 100°C, besonders bevorzugt zwischen 70 und 100°C thermostatisiert wird. Wegen der geringen, der Restumsetzung entsprechenden Wärmetönung kann jedoch statt eines Rohrreaktors herkömmlicher Bauart auch eine Aktivkohle-Schüttung ausreichender Höhe als Nachreaktor verwendet werden. Die Art der im 2. Reaktor verwendeten Aktivkohle ist selbstverständlich weit weniger kritisch als

im Falle des 1. Reaktors. Es können grundsätzlich alle beliebigen, bislang bei der Phosgensynthese verwendeten Aktivkohle-Typen eingesetzt werden. Selbstverständlich ist es auch möglich, auch den 2. Reaktor mit Aktivkohle der oben beschriebenen Art zu beschicken.

Die Kühlung des 1. Reaktors (4) erfolgt vorzugsweise nach dem Prinzip der Verdampfungskühlung, wobei der Wärmeträgerkreislauf entweder drucklos und über einen Nachkühler (nicht gezeichnet) frei belüftet sein kann oder über Druckhaltungen auf einen angemessenen Vordruck bis z.B. 10 bar eingestellt werden kann, wodurch die Siedetemperatur des Wärmeträgers und damit die Kühltemperatur des Reaktors variiert werden kann. Geeignete Wärmeträger sind beispielsweise Dekalin, Diphenylmethan, Chloraromaten wie z.B. o-Dichlorbenzol oder geeignete Mineralölfraktionen. Grundsätzlich ist es auch möglich, die Wärmeübertragung unter solchen Druckbedingungen des Wärmeträgers durchzuführen, daß eine Verdampfung des Wärmeträgers nicht stattfindet, bzw. solche Flüssigkeiten als Wärmeträger zu verwenden, die auch bei Normaldruck bei der Austrittstemperatur des Wärmeträgers aus dem 1. Reaktor nicht sieden. In diesem, allerdings weniger bevorzugten Fall erfolgt die Einstellung der Temperatur des Wärmeträgers am Reaktorausgang durch Zwangsumlaufpumpen und Temperatursteuerung. Die Austrittstemperatur des den 1. Reaktor flüssig und vorzugsweise dampfförmig verlassenden Wärmeträgers liegt bei 150 bis 320°C, vorzugsweise 200 bis 300°C.

Bei dem Kühler (5) handelt es sich um einen üblichen Wärmeaustauscher, beispielsweise einen Rippenrohrwärmeaustauscher für dessen Kühlung vorzugsweise Wasser verwendet wird. Die dem Reaktor über den Kühler (5) entzogene Wärme kann, wie in der Zeichnung dargestellt, im Wärmeaustauscher (14) zur Vorerwärmung des Speisewassers des Wärmeaustauschers (10) genutzt werden. Es wäre jedoch auch denkbar, die im Wärmeaustauscher (5) anfallende Wärme zur Vorerhitzung des Kohlenmonoxids und/oder Chlors zu nutzen.

Bei dem Wärmeaustauscher (10) handelt es sich ebenfalls um einen Wärmeaustauscher der üblichen Bauart; beispielsweise kann auch hier ein Rohrbündelwärmeaustauscher Verwendung finden.

Die für das erfindungsgemäße Verfahren eingesetzten Ausgangsprodukte, Kohlenmonoxid und Chlor müssen trocken und in ausreichender Reinheit zur Verfügung stehen, um unerwünschte Nebenreaktionen und eine vorzeitige Entaktivierung des Katalysators zu vermeiden. Im allgemeinen weist das zum Einsatz gelangende technische Kohlenoxid einen CO-Gehalt von mindestens 97 Vol.% und das zum Einsatz gelangende technische Chlor einen  $\text{Cl}_2$ -Gehalt von mindestens 97 Vol.-% auf. Geringere Konzentrationen sind im Prinzip möglich, würden jedoch zu einer hohen Inertgasbelastung führen. Typische Produktspezifikationen, die das Verfahren jedoch in keiner Weise begrenzen sollen, lauten wie folgt:

	Kohlenoxid	Chlor
Gehalt	97,0 % min.	97,0 % min.
Wasserstoff	1,5 % max.	0,5 % max.
Sauerstoff	0,1 % max.	0,3 % max.
5 Schwefelverbindungen	0,1 % max.	-
Stickstoff	1,0 % max.	2,0 % max.

(%-Angaben in Volumenprozent).

Bei der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens kommt das Kohlenmonoxid im allgemeinen in einem leichten  
 10 molaren Überschuß, bezogen auf das Chlor, beispielsweise unter Einhaltung eines Molverhältnisses von 1,03:1 bis 1,1:1 zum Einsatz. Die Gase werden über einen Gasmengen-  
 zähler (nicht gezeichnet) in die Mischkammer (3) geleitet und von dort in den ersten Reaktor (4) geleitet.  
 15 Der Druck des Gasgemischs liegt hierbei im allgemeinen bei 1 bis 5 bar; die Temperatur am Eingang des ersten Reaktors (4) liegt im allgemeinen bei 20 bis 120°C, vorzugsweise 80 bis 100°C. Der Durchsatz durch den Reaktor  
 wird vorzugsweise so gewählt, daß zur Herstellung von  
 20 1000 kg Phosgen pro Stunde eine Wärmeaustauscherfläche im 1. Reaktor von ca. 50-150, vorzugsweise 80-120 m<sup>2</sup> und eine Menge an Aktivkohle von 250-750, vorzugsweise 400-600 l zur Verfügung steht. Diese Bereiche sind  
 jedoch nicht kritisch. Über- oder Unterschreitungen  
 25 sind oft ohne wesentliche Beeinträchtigung der Reaktion möglich und können durch die Verdampfungsgeschwindigkeit des Wärmeträgers ausgeglichen werden.

- Die Reaktionsgase, in denen das eingesetzte Chlor zu mindestens 95 %, im allgemeinen zu 95-98 % in Form von Phosgen vorliegt, verlassen den 1. Reaktor mit einer nur geringfügig (ca. 5-30°C) über dem Siedepunkt des
- 5 Kühlmittels bzw. über der Austrittstemperatur des nicht-siedenden Kühlmittels liegenden Temperatur. Sie passieren den Kühler (5) und werden dort auf eine Temperatur von 50 bis 120°C, vorzugsweise 70 bis 110°C abgekühlt, bevor sie in den zweiten Reaktor (6) eintreten.
- 10 Im zweiten Reaktor wird die Umsetzung bei einer Temperatur zwischen 50 und 100°C, vorzugsweise 70-100°C zu Ende geführt. Hierbei stellt sich das Dissoziationsgleichgewicht dieses Temperaturbereichs ein, solange
- 15 Temperaturen von 50°C nicht unterschritten werden. Das den 2. Reaktor verlassende Gasgemisch enthält, je nach Druck und Temperatur im 2. Reaktor, eine Restmenge an Chlor von weniger als 50 ppm und ist für weitere Umsetzungen direkt oder nach Abtrennung von noch vorliegendem Kohlenoxid und der inerten Restgase verwendbar.
- 20 Während der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die im ersten Reaktor anfallende Reaktionswärme, wie bereits oben ausgeführt, mittels eines unter den gegebenen Druckbedingungen bei 150-320°C, vorzugsweise 200 bis 300°C siedenden Wärmeträgers
- 25 oder mittels eines nicht-siedenden, durch Zwangsumlauf und Temperatursteuerung am Reaktorausgang innerhalb dieses Temperaturbereichs gehaltenen Wärmeträgers abgeführt. Die Dämpfe des Wärmeträgers werden über einen Flüssigkeitsabscheider (9), flüssige Wärmeträger direkt



in den Wärmeaustauscher (10) geleitet, in welchem unter Kondensation und/oder Abkühlung des Wärmeträgers auf eine im allgemeinen bis zu 50°C unter der Austrittstemperatur des Wärmeträgers aus dem 1. Reaktor liegende Temperatur Dampf des Druckbereichs 5 bis 50, vorzugsweise 20 bis 35 bar erzeugt wird. Der den Wärmeaustauscher (10) verlassende Wärmeträger wird über (8) im Kreislauf zum ersten Reaktor zurückgeführt. Der entstandene Dampf wird über (11) dem Dampfverbraucher zugeführt. Gleichzeitig wird dem Wärmeaustauscher (10) über die Rohrleitung (12) eine der Dampfmenge entsprechende Wassermenge zugeführt, die, wie oben beschrieben, gegebenenfalls im Wärmeaustauscher (14), gegebenenfalls unter Druck auf bis zu 160°C vorerwärmt wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren gestattet erstmals die großtechnische Herstellung von Phosgen aus Chlor und Kohlenmonoxid unter optimaler Nutzung der bei dieser Umsetzung freigesetzten Wärmeenergie. Ein weiterer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens ist in dem Umstand zu sehen, daß die zur Anwendung gelangende hohe Reaktionstemperatur im 1. Reaktor einen positiven Einfluß auf die Lebensdauer der eingesetzten Aktivkohlen hat. Diese liegt bei den Bedingungen der erfindungsgemäßen Hochtemperatursynthese um ein Mehrfaches über der Lebensdauer der bei dem konventionellen Verfahren eingesetzten Aktivkohle, da die durch Chlorierung von Kohlenwasserstoffspuren im Ausgangsgasgemisch entstehenden Nebenprodukte unter den erfindungsgemäßen Bedingungen nicht mehr vom Katalysator absorbiert werden.

28-07-83

3327274

15  
- 13 -

Das nachfolgende Beispiel dient zur näheren Erläuterung des erfindungsgemäßen Verfahrens, ohne dieses jedoch zu begrenzen. Alle Prozentangaben beziehen sich auf Volumenprozente.

Le A 22 475

Beispiel (vgl. Zeichnung)

Der zum Einsatz gelangende 1. Reaktor (4) ist ein Rohr-  
bündelwärmeaustauscher aus Chromnickelstahl der Type  
1.4571 (DIN 17 007), mit 415 parallel angeordneten Rohren  
einer Länge von 1,5 m und einem Durchmesser von 32/25 mm.

5 Die Rohre des Reaktors sind mit Aktivkohle gemäß Beispiel 1  
der DE-AS 2 322 706 gefüllt und an beiden Enden mit ge-  
eigneten Edelstahlnetzen verschlossen. Der gefüllte  
Reaktor wird vor der Inbetriebnahme mit trockenem,  
150°C heißen Stickstoff ausgeblasen bis keine Rest-  
10 feuchte mehr nachweisbar ist. In diesen Reaktor wird  
von unten ein Mischgas bestehend aus 100 Nm<sup>3</sup>/h Chlor  
(Zusammensetzung: 97,5 % Chlor; 0,2 % Wasserstoff;  
0,9 % Kohlendioxid, 1,1 % Stickstoff; 0,3 % Sauer-  
stoff) und 105 Nm<sup>3</sup>/h Kohlenmonoxid (Zusammensetzung:  
15 98,5 % CO; 1,1 % Wasserstoff; 0,2 % Kohlendioxid;  
0,2 % sonstige Verunreinigungen) eingespeist, welches  
auf ca. 80-100°C vorgewärmt wurde. Die Phosgen-  
bildungsreaktion kommt sofort bei der Berührung  
des Mischgases mit der Aktivkohle in Gang. Die ent-  
20 stehende Reaktionswärme wird mittels siedendem,  
unter Normaldruck befindlichem Dibenzylbenzol (Siede-  
punkt: ca. 280°C) durch Verdampfungskühlung abgeführt.

Die Dämpfe dieses Wärmeträgers werden nach passieren  
eines Flüssigkeitsabscheiders (9) im Wärmeaustauscher  
25 (10) kondensiert. Die hierbei freiwerdende Wärme dient  
zur Erzeugung von 0,18 t/h Dampf eines Drucks von 32 bar

aus, unter Druck auf 150°C vorerwärmtem und entsalztem Kesselspeisewasser.

Das den 1. Reaktor mit einer Temperatur von ca. 280-300°C verlassende Reaktionsgas, in dem ca. 97-98 % des ursprünglich eingesetzten Chlors in Form von Phosgen vorliegt, wird in einem Rippenrohrwärmeaustauscher (5) auf ca. 105°C abgekühlt und dem zweiten Reaktor (6), bestehend aus einem mit Aktivkohle gefüllten Rohrbündelreaktor konventioneller Bauart, zugeführt.

Der 2. Reaktor wird durch Thermostatisierung so betrieben, daß eine Temperatur zwischen 70 und 100°C eingehalten wird, um die Gleichgewichtseinstellung des Phosgens zu gewährleisten. Das den 2. Reaktor über (7) verlassende Phosgen enthält Chlor in einer Konzentration von  $\leq 50$  ppm und ist für weitere Umsetzungen direkt oder nach Abtrennung des überschüssigen Kohlenoxids und der inerten Restgase verwendbar.

Die genannte Vorerwärmung des Kesselspeisewassers erfolgt im Wärmeaustauscher (14) unter Nutzung der im Kühler (5) gewonnenen Wärme.

-18-  
- Leerseite -

